

## Air dan air limbah – Bagian 76 : Cara uji sianida total (CN<sup>-</sup>-T) secara elektroda selektif ion





© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	3
4 Pengendalian mutu .....	9
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	10
Lampiran B (informatif) Contoh skema peralatan elektroda selektif ion .....	11
Lampiran C (informatif) Contoh kurva kalibrasi semi-log sianida pada kisaran kadar 0,2 – 5,0 mgCN-T/L .....	12
Lampiran D (informatif) Gangguan .....	13
Bibliografi .....	14





## Prakata

SNI 6989.76:2011 dengan judul *Air dan air limbah – Bagian 76: Cara uji sianida total (CN<sup>-</sup>-T) secara elektroda selektif ion* ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-2474-1991, *Air, Metode pengujian kadar sianida dengan alat ion selektifmeter*. SNI ini menggunakan referensi dan merupakan adopsi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21<sup>st</sup> Edition*, editor L.S Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005. SNI ini dikonsensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 28 – 29 Oktober di Jakarta. SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 28 Mei 2010 sampai dengan 28 Juli 2010 dan diperpanjang hingga 28 Agustus 2010, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.76:2011 ini, maka penerapan SNI 06-2474-1991, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



## Air dan air limbah – Bagian 76 : Cara uji sianida total (CN<sup>-</sup>-T) secara elektroda selektif ion

### 1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar sianida total (CN<sup>-</sup>-T) setelah contoh uji air dan air limbah terlebih dahulu didestilasi dengan larutan penampung bersifat alkalis (NaOH 1N) dan kadar sianida total pada destilat alkalis ini diukur menggunakan elektroda selektif ion (ESI) pada kisaran kadar 0,2 mg CN<sup>-</sup>-T/L – 5,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### **sianida total (CN<sup>-</sup>-T)**

sianida yang terdisosiasi, yang tidak terdisosiasi, yang larut dan tidak larut dalam air dan air limbah

#### 2.2

##### **aktifitas**

fungsi termodinamika yang digunakan untuk menggantikan kadar (Molar) dalam tetapan keseimbangan untuk reaksi yang melibatkan gas dan larutan non ideal

#### 2.3

##### **air bebas mineral**

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2  $\mu$ S/cm

#### 2.4

##### **blanko laboratorium**

air bebas mineral yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

#### 2.5

##### **blanko lapangan**

air bebas mineral yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

#### 2.6

##### **elektroda selektif ion**

elektroda yang mengukur besarnya tegangan listrik (mV) sebagai respon atas aktifitas dari ion tertentu dalam larutan

#### 2.7

##### **elektroda membran padat**

elektroda dimana membran selektif ini terdiri dari bahan zat penukar ion bentuk padat pada permukaan elektroda yang terbuat dari garam-garam anorganik konduktif yang bersifat sukar larut dalam air



## 2.8

### **elektroda pembanding penghubung ganda (*double-junction reference electrode*)**

elektroda yang mempunyai tegangan listrik yang stabil dan telah diketahui besarannya (mV) karena telah dibandingkan dengan elektroda hidrogen standar. Elektroda ini dapat digunakan sebagai elektroda penghitung untuk pengukuran tegangan dari elektroda selektif ion

## 2.9

### **ion meter**

alat untuk mengukur kadar analit (*species*) ion dalam larutan menggunakan suatu elektroda selektif ion

## 2.10

### **kadar (molar)**

jumlah mol solut (zat terlarut) dalam 1 (satu) liter larutan

## 2.11

### **kekuatan ion**

didefinisikan sebagai  $I = 0,5 \sum C_M \cdot (Z_M)^2$ , dimana  $I$  adalah kekuatan ion (mol/L),  $C_M$  adalah kadar (molar) spesi ion  $M$  dalam larutan, dan  $Z_M$  adalah jumlah muatan ion  $M$ . Kekuatan ion sangat diperlukan untuk menghitung aktifitas dari masing-masing ion dalam air yang mengandung campuran berbagai ion

## 2.12

### **kurva kalibrasi semi-log**

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan tegangan listrik (mV) sesuai dengan persamaan *Nernst* dan merupakan suatu garis lurus

## 2.13

### **larutan induk**

larutan baku kadar tinggi yang digunakan untuk membuat larutan baku kadar lebih rendah

## 2.14

### **larutan baku**

larutan dengan kadar yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

## 2.15

### **penukar ion**

proses dimana anion-anion atau kation-kation tertentu di dalam air bertukar tempat dengan ion-ion lain yang terdapat pada bahan penukar ion

## 2.16

### **respon tegangan (mV)**

perbedaan potensial listrik (mV) antara elektroda selektif ion dengan elektroda pembanding



### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Ion sianida total ( $\text{CN}^-$ -T) dalam destilat yang bersifat alkalis hasil perlakuan pendahuluan contoh uji air dapat ditentukan dengan menggunakan elektroda selektif ion sianida ( $\text{CN}^-$ ). Metode ini didasarkan kepada pengukuran tegangan listrik (milli Volt) yang dihasilkan akibat terjadinya proses pertukaran anion/kation antara ion sianida yang ada dalam destilat dengan zat penukar ion bentuk padat pada permukaan elektroda yang terbuat dari campuran senyawa-senyawa perak anorganik konduktif yang bersifat sukar larut dalam air. Respon elektroda pada aktifitas ion sianida ( $\text{CN}^-$ ) berkisar antara 0,2 mg  $\text{CN}^-$ /L - 5 mg  $\text{CN}^-$ /L.

#### 3.2 Bahan

- a) air bebas mineral;  
Lakukan deionisasi air hasil destilasi sampai dengan 2  $\mu\text{S}$ .
- b)  $\text{PbCO}_3$  serbuk;
- c) larutan  $\text{NaOH}$  1N;  
Timbang 40 g kristal  $\text{NaOH}$  dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL yang telah berisi air bebas mineral, secara perlahan-lahan sambil di aduk. Tambahkan dengan air bebas mineral sampai 1000 mL. Pindahkan larutan ini ke dalam botol plastik bertutup.
- d) Larutan  $\text{NaOH}$  0,16 %;  
Timbang 1,6 g kristal  $\text{NaOH}$  dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL yang telah berisi air bebas mineral, secara perlahan-lahan sambil di aduk. Tambahkan dengan air bebas mineral sampai 1000 mL. Pindahkan larutan ini ke dalam botol plastik bertutup.
- e) larutan  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  51 %;  
Larutkan 510 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, aduk dan simpan dalam botol plastik.
- f) larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1);
- g) kristal asam sulfamat ( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ );
- h) larutan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,0192 N;  
Timbang 3,27 g  $\text{AgNO}_3$  dan masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang telah berisi air bebas mineral, secara perlahan-lahan sambil di aduk. Tambahkan dengan air bebas mineral sampai 1000 mL. Pindahkan larutan ini ke dalam botol plastik bertutup. Lakukan standarisasi larutan  $\text{AgNO}_3$  ini dengan larutan standar  $\text{NaCl}$  menggunakan metoda argentometrik dengan indikator kalium kromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ).
- i) larutan kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ) 10% sebagai larutan isian elektroda pembanding penghubung ganda (*double-junction reference electrode*);  
Timbang 10 g kristal  $\text{KNO}_3$  dan masukkan ke dalam gelas piala 300 mL yang telah berisi air bebas mineral, secara perlahan-lahan sambil di aduk. Tambahkan dengan air bebas mineral sampai 100 mL dan atur pH larutan ini sampai pH 12 dengan larutan kalium hidroksida ( $\text{KOH}$ ). Pindahkan larutan ini ke dalam botol plastik bertutup.

**CATATAN** Larutan isian elektroda ini dapat menggunakan larutan siap pakai.



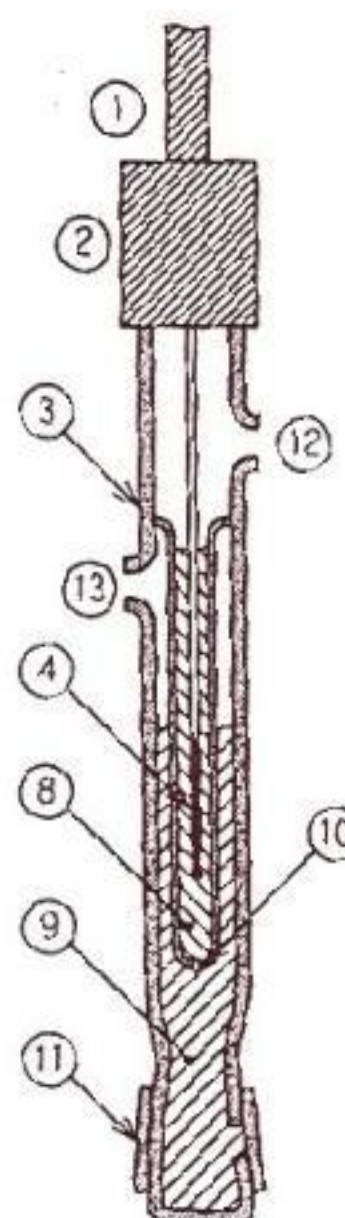
- j) larutan kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ) 4 M sebagai larutan pengatur kekuatan ion; Timbang 101 g kristal  $\text{KNO}_3$  dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 mL yang telah berisi air bebas mineral secara perlahan-lahan sambil di aduk. Tambahkan dengan air bebas mineral sampai 1000 mL.

**CATATAN** Larutan pengatur kekuatan ion dapat disesuaikan dengan petunjuk penggunaan alat elektroda selektif ion.

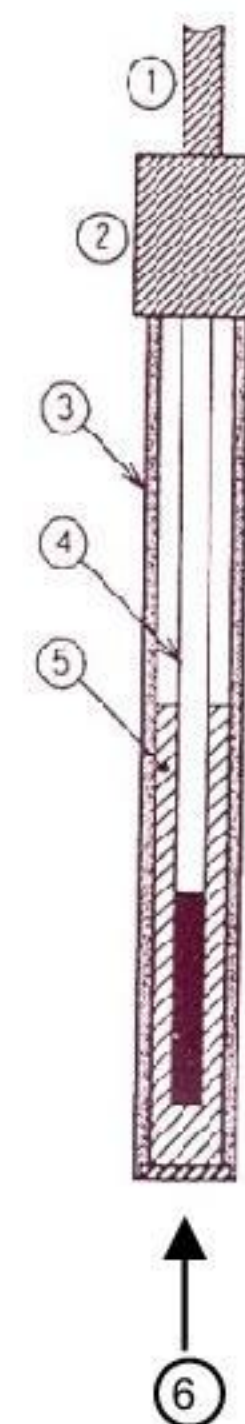
- k) larutan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ;  
 1) larutkan 5 g  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  dengan sedikit air;  
 2) tambahkan larutan  $\text{AgNO}_3$  hingga timbul endapan merah bata;  
 3) biarkan minimal 12 jam, saring dan encerkan hingga 100 mL.
- l) kertas saring dengan ukuran pori 2,5  $\mu\text{m}$ .

### 3.3 Peralatan

- a) pH/ion meter, yang menggunakan skala meter atau digital, mempunyai resolusi 0,1 mV;  
 b) elektroda ion sianida terdiri dari elektroda pembanding *penghubung-ganda* yang telah diisi dengan larutan isian kalium klorida (KCl) dan kalium nitrat  $\text{KNO}_3$  seperti skema Gambar 1.  
 c) pengaduk magnet (*magnetic stirrer*);  
 d) gelas piala 150 mL;  
 e) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL; 25,0 mL; 30,0 mL; 40,0 mL dan 50 mL;  
 f) labu ukur 100,0 mL dan 1000,0 mL;  
 g) perangkat alat destilasi contoh uji sianida total;  
 h) oven;  
 i) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg; dan  
 j) labu semprot.



A.. Contoh elektroda pembanding penghubung



B. Contoh elektroda membran padat

**Gambar 1 - Contoh skema elektroda selektif ion nitrat beserta elektroda pembanding penghubung ganda**



**Keterangan gambar:****A. Elektroda pembanding penghubung ganda**

1. Konduktor;
2. Penutup;
3. Tabung gelas;
4. Elektroda Ag/AgCl;
8. Larutan isian di dalam tabung bagian dalam (kalium nitrat);
9. Larutan isian di dalam tabung bagian luar (KCl);
10. Bagian penghubung cairan dalam tabung inner (keramik);
11. Gelas pelindung cairan penghubung pada dinding luar elektroda;
12. Lubang untuk memasukkan larutan isian ( $\text{KNO}_3$ ) dalam tabung bagian dalam;
13. Lubang untuk memasukkan larutan isian KCl dalam tabung.

**B. Elektroda membran padat**

1. Konduktor;
2. Penutup;
3. Tabung gelas;
4. Elektroda Ag/AgCl;
5. Larutan Isian;
6. Membran padat.

**3.4 Pengawetan contoh uji**

Bila contoh uji tidak segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik ( <i>polyethylene</i> ) atau botol gelas
Bahan Pengawet	:	Setelah contoh air dan air limbah (contoh uji) dimasukkan ke dalam wadah, kemudian tambahkan larutan NaOH 1 N sampai pH > 12.
Lama Penyimpanan	:	14 hari
Kondisi Penyimpanan	:	dalam lemari pendingin dengan suhu $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**CATATAN** Contoh uji diambil dengan sedikit mungkin aerasi.

**3.5 Persiapan pengujian****3.5.1 Persiapan larutan standar****3.5.1.1 Larutan induk ion sianida (1000 mg  $\text{CN}^-$ -T/L);**

Timbang sekitar 1,6 g NaOH dan 2,51 g KCN dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda batas. Lakukan standarisasi terhadap 25 mL larutan induk ini dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) sebagai titran. Standarisasi ini dilakukan setiap minggu karena konsentrasi ion sianida mudah berubah ( $1\text{ mL} \approx 1000\text{ }\mu\text{g CN}^-$ -T).

**CATATAN 1** Hati-hati bekerja dengan menggunakan KCN yang bersifat racun dan gunakan Alat Pelindung Diri (APD) yang sesuai peruntukannya.

**CATATAN 2** Larutan induk ion sianida 1000 mg  $\text{CN}^-$ -T/L dapat menggunakan larutan siap pakai. Lakukan standarisasi sebelum digunakan.

**3.5.1.2 Larutan ion sianida (100 mg  $\text{CN}^-$ -T/L);**

Pipet 10 mL larutan induk ion sianida (1000 mg  $\text{CN}^-$ -T/L) dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Encerkan sampai tanda batas dengan larutan NaOH 0,16 %;  $1\text{ mL} \approx 100\text{ }\mu\text{g CN}^-$ -T.



### 3.5.1.3 Larutan ion sianida (10 mg CN<sup>-</sup>-T/L);

Pipet 10 mL larutan induk ion sianida (100 mg CN<sup>-</sup>-T/L) dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Encerkan sampai tanda batas dengan larutan NaOH 0,16%; **1 mL  $\approx$  10  $\mu$ g CN<sup>-</sup>-T.**

### 3.5.1.4 Larutan kerja ion sianida;

Pipet larutan ion sianida (10  $\mu$ g CN<sup>-</sup>-T/mL) masing-masing 2,0 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 50 mL, kemudian masukkan ke dalam masing-masing labu ukur 100,0. Encerkan sampai tanda batas dengan larutan NaOH 0,16N. Larutan standar ion sianida dalam masing-masing labu ukur 100 mL ini mengandung 0,2 mg CN<sup>-</sup>-T/L; 1,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L; 2,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L; 3,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L; 4,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L dan 5,0 mg CN<sup>-</sup>-T/L.

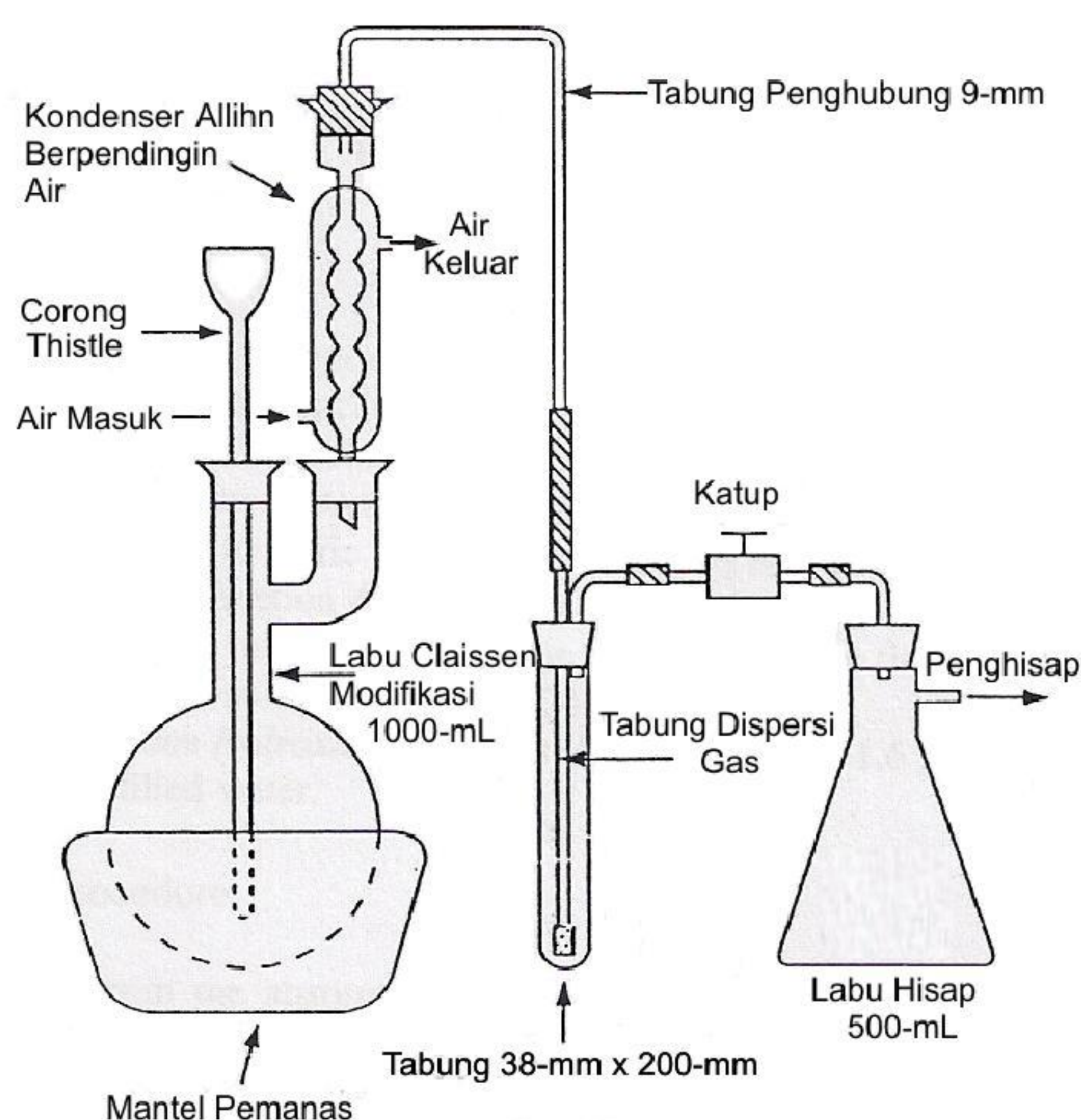
### 3.5.2 Persiapan contoh uji destilasi

- rakit peralatan destilasi total sianida seperti pada Gambar 1;
- masukkan 500 mL contoh uji air ke dalam labu destilasi berukuran 1000 mL yang mengandung sianida tidak lebih dari 10 mg CN<sup>-</sup>/L. Kemudian masukkan sekitar 10 butir batu didih berdiameter 2 mm - 3 mm;
- tambahkan 10 mL larutan NaOH 1N ke dalam tabung absorber yang berukuran 250 mL. Tambahkan 50 mg atau lebih PbCO<sub>3</sub> ke dalam larutan absorber (NaOH 1N);

**CATATAN** Atur kecepatan pompa vakum dengan 1 - 2 gelembung/detik pada labu destilasi.

- tambahkan 2 g asam sulfamat melalui corong *thistle* (*thistle tube*) dan bilas dengan air bebas mineral agar asam sulfamat turun ke labu destilasi;
- tambahkan 50 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:1 ke dalam labu destilasi melalui corong *thistle*. Kemudian masukkan 20 mL larutan MgCl<sub>2</sub> juga melalui corong *thistle* dan bilas dengan air bebas mineral;
- panaskan dengan cepat labu destilasi dan atur kecepatan refluks 40 – 50 tetes/menit;
- lakukan destilasi sekurang-kurangnya selama 1 jam;
- hentikan pemanasan pada labu destilasi bila hasil distilat didapat tidak lebih dari 225 mL, biarkan udara mengalir selama 15 menit;
- dinginkan distilat dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL secara kuantitatif. Larutan siap untuk diukur kadar sianida total.





**Gambar 2 - Rangkaian peralatan distilasi sianida**

### 3.5.3 Standarisasi larutan induk sianida

- pipet sejumlah volume larutan induk sianida, encerkan menjadi 100 mL dengan larutan pengencer NaOH 0,16 %;
- tambahkan 0,5 mL indikator *p*-dimethyl aminobenzal-rhodanine;
- titrasi dengan AgNO<sub>3</sub> sampai adanya perubahan warna dari kuning menjadi merah kekuningan (*Salmon Hue*).

$$\text{Kadar CN (mg CN/L)} = \frac{(A - B) \times N \times \text{BST}}{V} \times 1000 \quad (1)$$

**Keterangan:**

- A adalah volume larutan standar AgNO<sub>3</sub> untuk larutan induk, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 B adalah volume larutan standar AgNO<sub>3</sub> untuk blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 BST adalah bobot setara CN<sup>-</sup> (52,04), dimana 1 mol AgNO<sub>3</sub> bereaksi dengan 2 mol CN<sup>-</sup> (BM = 26,02);  
 N adalah normalitas larutan standar AgNO<sub>3</sub>;  
 V adalah volume larutan induk sianida.

### 3.5.4 Standarisasi AgNO<sub>3</sub>

- pipet 10 mL NaCl (larutan standar NaCl 0,0141 M dibuat dengan melarutkan 824,0 mg NaCl, dikeringkan pada 140 °C selama 2 jam, di dalam 1 liter air) ke dalam Erlenmeyer 300 mL. Tambahkan 1,0 mL indikator K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>;
- titrasi dengan AgNO<sub>3</sub> hingga titik akhir (merah bata).



### 3.6 Pembuatan kurva kalibrasi

- pindahkan 100 mL larutan kerja 0,2 mg  $\text{CN}^-$ -T/L pada gelas piala 150 mL;
- celupkan elektroda selektif ion sianida ke dalam larutan kerja 0,2 mg  $\text{CN}^-$ -T/L
- tambahkan 1 mL larutan  $\text{KNO}_3$  4M, dan kocok dengan pengaduk magnet (*magnetic stirrer*) sampai bercampur sempurna;
- catat pembacaan tegangan (*millivolt*) yang ditunjukkan alat ion meter sampai stabil;
- angkat elektroda selektif ion dari larutan, bilas dengan air bebas sianida, dan keringkan dengan tisu;
- ulangi pekerjaan seperti pada butir a) sampai butir e) dengan menggunakan larutan baku 1,0 mg  $\text{CN}^-$ -T/L; 2,0 mg  $\text{CN}^-$ -T/L; 3,0 mg  $\text{CN}^-$ -T/L dan 4,0 mg  $\text{CN}^-$ -T/L serta larutan baku 5,0 mg  $\text{CN}^-$ -T/L;
- buat kurva kalibrasi semi log antara besaran tegangan (mV) dengan kadar ion sianida (mg  $\text{CN}^-$ -T/L), atau gunakan kurva kalibrasi semi log yang dihasilkan oleh alat.

**CATATAN 1** Kadar ion sianida dalam larutan kerja atau dalam contoh uji harus lebih besar dari 1 mg/L, agar sensitifitas elektroda selektif ion tidak berkurang.

**CATATAN 2** Garis lurus yang dihasilkan pada kurva kalibrasi, kemiringannya (*slope*) berkisar -54 sampai dengan -60 mV/dekade pada suhu 25 °C. Periksa nilai *slope*, apabila terjadi perubahan lakukan kalibrasi ulang.

### 3.7 Pengujian

- pindahkan sejumlah volume distilat sianida ke dalam labu ukur 250,0 mL dan bilas larutan absorber (larutan NaOH 0,16 %) yang ada pada wadah penampung distilat dan encerkan sampai tanda batas dengan air bebas mineral;
- pipet 100 mL larutan contoh air dan air limbah (contoh uji) dari hasil penampungan destilat pada gelas piala 150 mL;
- tambahkan 1 mL larutan  $\text{KNO}_3$  4M, dan kocok dengan pengaduk magnet (*magnetic stirrer*) sampai bercampur sempurna;
- celupkan elektroda selektif ion sianida ke dalam larutan pada langkah;
- catat pembacaan tegangan (mV) yang ditunjukkan alat ion meter sampai stabil;
- angkat elektroda selektif ion dari larutan contoh uji, bilas dengan air bebas mineral;

**CATATAN 1** Bila elektroda digunakan lagi dalam waktu kurang dari 24 jam, bilas dengan air bebas mineral.

**CATATAN 2** Bila elektroda tidak digunakan dalam waktu lebih dari 24 jam, larutan isian elektroda dikeluarkan dan dikeringkan.

- baca kadar ion sianida dalam contoh uji dari kurva kalibrasi semi-log.



### 3.8 Perhitungan

Kadar ion sianida dalam contoh uji dapat dihitung menggunakan kurva semi-log

$$\text{mgCN}^- - \text{T/L} = \mu\text{gCN}^- - \text{T/mL} \text{ dari kurva semi-log} \times \frac{250}{V_c} \quad (2)$$

**Keterangan:**

$V_c$  adalah volume awal contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
250 adalah total volume distilat.

### 4 Pengendalian mutu

- Gunakan alat-alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan bahan kimia berkualitas pro analisis (p.a.).
- Gunakan alat ukur seperti neraca analitis, ion meter yang terkalibrasi dan diverifikasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % - 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) sama dengan 20 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

**Persen RPD**

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (3)$$

- Lakukan kontrol akurasi menggunakan *spike matrix* dengan frekuensi 5 % - 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85 % - 115 %.

Persen temu balik (% *recovery*, % R)

$$\%R = \left( \frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (4)$$

**Keterangan:**

- A adalah kadar contoh uji yang di *spike*, dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);  
B adalah contoh uji yang tidak di *spike*, dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);  
C adalah standar yang di-*spike* (*target value*), dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L).

**CATATAN 1** Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 2 % dari volume contoh uji.

**CATATAN 2** Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 - 5 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.



**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

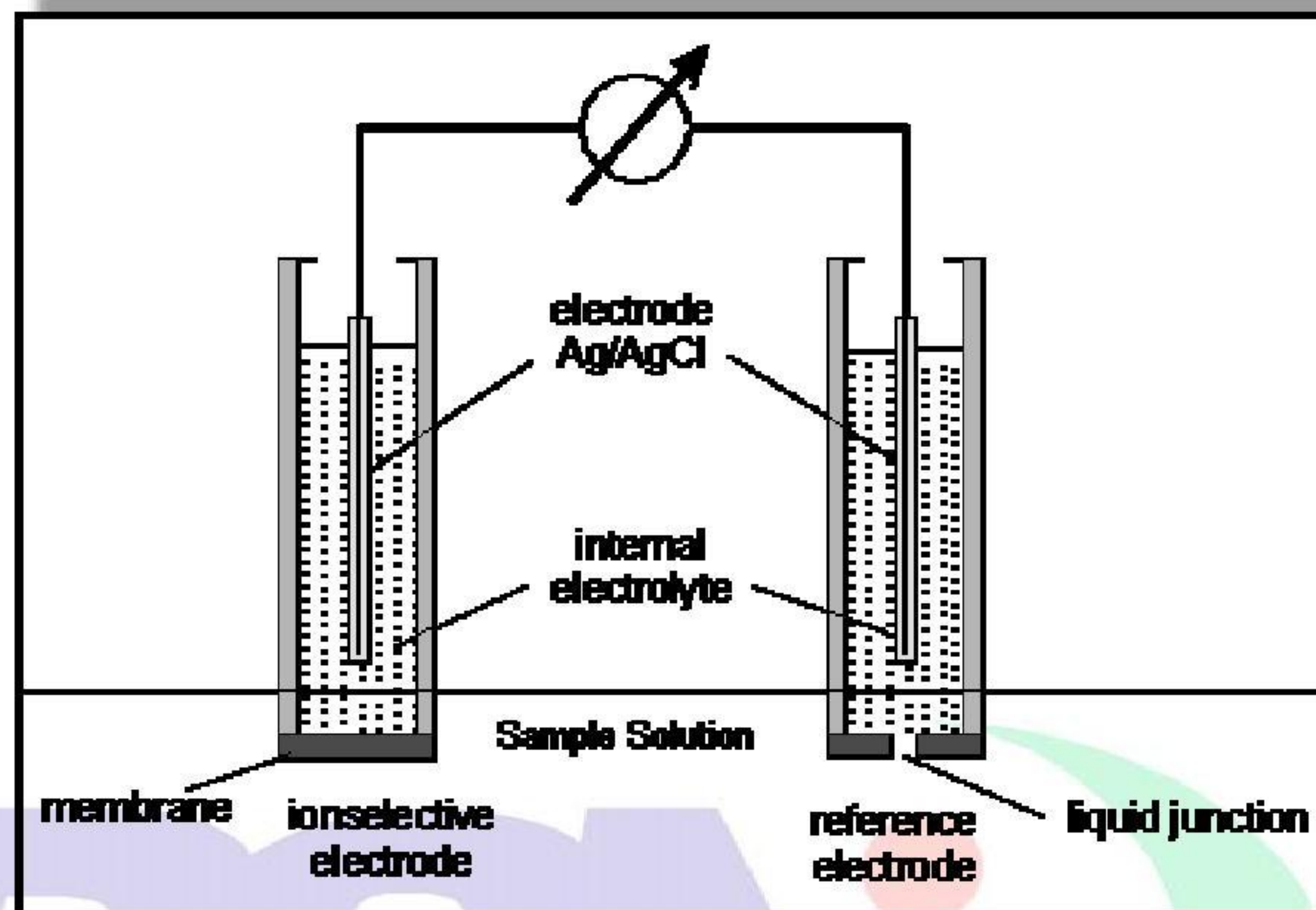
Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja :

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Limit deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Hasil pengukuran blanko.
- 7) Hasil pengukuran contoh uji.
- 8) Kadar Ion sianida dalam larutan contoh uji.





**Lampiran B**  
(informatif)  
**Contoh skema peralatan elektroda selektif ion**

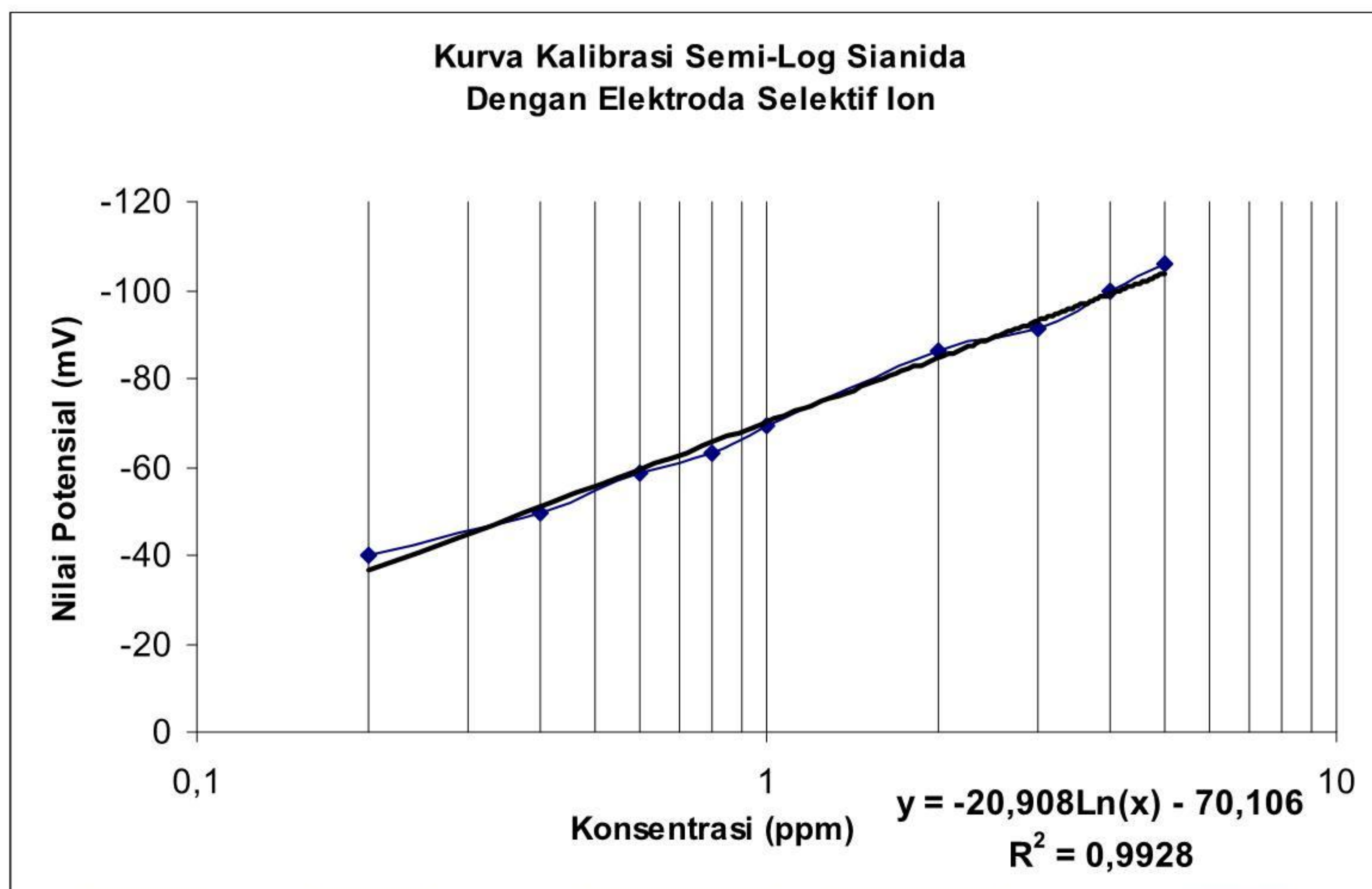


Gambar B.1 - Skema peralatan elektroda selektif ion



### Lampiran C (informatif)

Contoh kurva kalibrasi semi-log sianida pada kisaran kadar 0,2 – 5,0 mgCN-T/L



Gambar C.1 - Kurva kalibrasi Semi-Log Sianida dengan elektroda selektif ion



## Lampiran D (informatif) Gangguan

- D.1** Sulfida ikut serta dalam distilat sianida dan dapat mengganggu analisis bila menggunakan elektroda selektif ion (sensor membran padat dari garam-garam perak) karena terjadi proses pertukaran ion sama dengan ion sianida sehingga akan memberikan respon potensial lebih besar dari semestinya. Gangguan ini dapat dihilangkan dengan penambahan timbel karbonat ( $\text{PbCO}_3$ ) sebanyak 50 mg atau 20 mL seng asetat (100 mg/L).
- D.2** Zat-zat pengoksidasi ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ;  $\text{Cl}_2$ ), asam-asam lemak, karbonat, senyawa aldehyd, kekeruhan dapat mempengaruhi hasil analisis bila masing-masing zat pengganggu ini tidak dihilangkan terlebih dahulu dengan cara aerasi, ekstraksi ataupun dengan cara distilasi.





## Bibliografi

*Standard Methods for Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005 : Cyanide (4500 A-F).*

*Japan Industrial Standard Handbook, "Environmental Technology,"1998 : General Rules for Ion Selective Electrode Method (JIS K 0122 : 1997).*

*Hobart H.W., Lynne L.M., John A.D.,et al, "Instrumental Methods of Analysis" 7st, 1988, Wadsworth Publishing Company, 682-691. Belmont-USA.*

*ORION, Cyanide Electrode Instruction Manual, 1991, Orion Research Inc., 3-20, Boston, MA 02129 USA.*











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)